(19)日本国特許庁 (JP)

四公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2002-267644

(P2002-267644A)
(43)公開日 平成14年9月18日(2002.9.18)

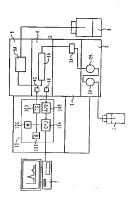
(51) Int.Cl.7	識別記号	F I	テーマコード(参考)
G 0 1 N 30/54		G 0 1 N 30/54	D 2G067
			J
G 0 1 M 3/00		G 0 1 M 3/00	D
G01N 30/86		G 0 1 N 30/86	R
			T

	atr-trait.b	t-str-P st-Pvs	T T TAKEN OF (A 0 TO HARRISTE
	審査請求	水面水 面水り	質の数10 OL (全 8 頁) 最終頁に続く
(21)出願番号	特願2001-367014(P2001-367014)	(71) 出願人	501387839
			株式会社日立ハイテクノロジーズ
(22)出顧日	平成13年11月30日(2001.11.30)	東京都港区西新橋一丁目24番14号	
		(72)発明者	清宮 宏道
(31)優先権主張番号	10059769.6		茨城県ひたちなか市市毛882番地 株式会
(32) 優先日	平成12年11月30日(2000.11.30)		社日立ハイテクノロジーズ設計・製造統括
(33) 優先権主張国	ドイツ (DE)		本部那珂事業所内
		(72) 発明者	加藤理
			茨城県ひたちなか市市毛882番地 株式会
			社日立ハイテクノロジーズ設計・製造統括
			本部那珂事業所内
		(74)代理人	100077816
			弁理士 春日 籐
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 液体クロマトグラフ用カラム恒温槽

(57)【要約】

【課題】エラーからの原爆を短時間に行える液体クロマトグラフ用カラム恒温精を提供することにある。 「解決手段」カラム4Aを確認に保つ温度傾脚装置と、 恒温精4の内部のガスを検出するガスセンサ4Bと、ガ スセンサ4Bによって検出された信号が予か設定された 検出レベルを超えた場合に警報を発する警報信号を出力 し、また装売を停止する停止信号を出力する演奏装置 1 0Aとを有する。提作部7は、演算装置 1 0 Aが出力す る警報信号と停止信号のいずれかを選択可能としている。



【特許請求の範囲】

【請求項1】カラムを恒温に保つ温度制御装置と、恒温 槽内部のガスを検出するガスセンサと、このガスセンサ によって検出された信号が予め設定された検出レベルを 超えた場合に警報を発する警報信号を出力し、また装置 を停止する停止信号を出力する溶質手段とを有する液体 クロマトグラフ用カラム恒温槽において、

1

上記演算手段が出力する警報信号と停止信号のいずれか を選択可能な操作手段を備えたことを特徴とする液体ク ロマトグラフ用カラム恒温槽。

【請求項2】請求項1記載の液体クロマトグラフ用カラ ム恒温槽において...

上記演算手段は、複数の溶媒に対して、それぞれ上記検 出レベルを設定することを特徴とする液体クロマトグラ フ用カラム恒温槽.

【請求項3】請求項1記載の液体クロマトグラフ用カラ ム恒温槽において、

上記演算手段は、上記検出レベルを爆発限界よりも下に 設定することを特徴とする液体クロマトグラフ用カラム

【請求項4】請求項1記載の液体クロマトグラフ用カラ ム恒温槽において、

上記演算手段は、上記検出レベルとして、警報信号を出 力するための第1の検出レベルと、装置停止信号を出力 するための第2の検出レベルを設定することを特徴とす る液体クロマトグラフ用カラム恒温槽。

【請求項5】請求項4記載の液体クロマトグラフ用カラ ム恒温槽において、

上記演算手段は、所定量の溶媒が恒温槽内に注入された ルを設定するとともに、この第1の検出レベルに基づい て、上記第2の検出レベルを設定することを特徴とする 液体クロマトグラフ用カラム恒温槽。

【請求項6】請求項5記載の液体クロマトグラフ用カラ ム恒温槽において、

上記演算手段は、上記第1の検出レベルに対する上記第 2の検出レベルの感度を変更して設定可能することを特 徴とする液体クロマトグラフ用カラム恒温槽。

【請求項7】請求項4記載の液体クロマトグラフ用カラ ム恒温槽において、

上記演算手段は、第1の所定量の溶媒が恒温槽内に注入 された時の上記ガスセンサの出力により、上記第1の検 出レベルを設定するとともに、第2の所定量の溶媒が恒 温槽内に注入された時の上記ガスセンサの出力により、 上記第2の検出レベルを設定することを特徴とする液体 クロマトグラフ用カラム恒温槽。

【請求項8】請求項1記載の液体クロマトグラフ用カラ ム恒温槽において、

上記演算手段は、上記ガスセンサの出力の変化を記録す ることを特徴とする液体クロマトグラフ用カラム恒温

【請求項9】請求項8記載の液体クロマトグラフ用カラ ム恒温槽において、

上記演算手段は、記録された上記ガスセンサの出力の変 化分に基づいて、上記検出レベルを補正することを特徴 とする液体クロマトグラフ用カラム恒温槽。

【請求項10】請求項1記載の液体クロマトグラフ用カ ラム恒温槽において、

上記簿算手段は、上記ガスセンサの出力が上記検出レベ 10 ルを超えた後、検出レベルよりも低下した場合に、警報 出力を停止することを特徴とする液体クロマトグラフ用 カラム恒温槽。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、 液体クロマトグラ フ用カラム恒温槽に係り、特に、ガスセンサを有する液 体クロマトグラフ用カラム恒温槽に関する。

[0002]

【従来の技術】従来の液体クロマトグラフ用カラム恒温 槽では、溶媒等の液洩れによって発生するガスを検出す るガスセンサを備えている。ガスセンサによって液漏れ を検出すると、警報を発生するとともに、装置を停止し ていか、

[00003]

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、従来の 液体クロマトグラフ用カラム恒温槽では、液漏れ検知時 には、警報を発生すると同時に装置を停止していたた め、液体クロマトグラフの配管及びカラム内に測定する 試料が残存してしまい、再測定前に流路の洗浄などを実 時の上記ガスセンサの出力により。上記第1の輸出レベ 30 触する必要があり。エラーからの復帰に時間が掛かると いう問題があった。

> 【0004】本発明の目的は、エラーからの復帰を短時 間に行える液体クロマトグラフ用カラム恒温槽を提供す ることにある。

[0005]

【課題を解決するための手段】(1)上記目的を達成す るために、本発明は、カラムを恒温に保つ温度制御装置 と、恒温槽内部のガスを検出するガスセンサと、このガ スセンサによって輸出された信号が予め設定された輸出 40 レベルを超えた場合に警報を発する警報信号を出力し、

また装置を停止する停止信号を出力する演算手段とを有 する液体クロマトグラフ用カラム恒温槽において、上記 演算手段が出力する警報信号と停止信号のいずれかを選 択可能な操作手段を備えるようにしたものである。かか る構成により、エラーからの復帰を短時間に行えるもの

【0006】(2)上記(1)において、好ましくは、 上記演算手段は、複数の溶媒に対して、それぞれ上記検 出レベルを設定するようにしたものである。

50 【0007】(3)上記(1)において、好ましくは、

3 上記演算手段は、上記検出レベルを爆発限界よりも下に 設定するようにしたものである。

【0008】(4)上記(1)において、好ましくは、 上記演覧手段は、上記検出レベルとして、警報信号を出 力するための第1の検出レベルと、装置停止信号を出力 するための第2の検出レベルを設定するようにしたもの である。

【0009】(5)上記(4)において、好ましくは、 上記演覧手段は、所定量の溶媒が恒温槽内に注入された 時の上記ガスセンサの出力により、上記第1の検出レベ 10 ルを設定するとともに、この第1の検出レベルに基づい て、上記第2の検出レベルを設定するようにしたもので ある。

【0010】(6)上記(5)において、好ましくは、 上記演算手段は、上記第1の検出レベルに対する上記第 2の検出レベルの感度を変更して設定可能としたもので ある。

【0011】(7)上記(4)において、好ましくは、 上記演算手段は、第1の所定量の溶媒が恒温槽内に注入 出レベルを設定するとともに、第2の所定量の溶媒が恒 温槽内に注入された時の上記ガスセンサの出力により、 上記第2の検出レベルを設定するようにしたものであ

【0012】(8)上記(1)において、好ましくは、 上記演算手段は、上記ガスセンサの出力の変化を記録す るようにしたものである。

【0013】(9)上記(8)において、好ましくは、 上記演算手段は、記録された上記ガスセンサの出力の変 化分に基づいて、上記検出レベルを補正するようにした 30 る。 ものである。

【0014】(10)上記(1)において、好ましく は、上記演算手段は、上記ガスセンサの出力が上記検出 レベルを超えた後、検出レベルよりも低下した場合に、 警報出力を停止するようにしたものである。

[0015]

る。

【発明の実施形態】以下、図1~図4を用いて、本発明 の一実施形態による液体クロマトグラフ用カラム恒温槽 の構成について説明する。最初に、図1を用いて、本実 施形態による液体クロマトグラフ用カラム恒温槽を備え 40 た液体クロマトグラフの全体構成について説明する。図 1は、本発明の一実施形態による液体クロマトグラフ用 カラム恒温槽を備えた液体クロマトグラフの全体構成を 示すブロック図である。

【0016】液体クロマトグラフは、ポンプ2と、オー トサンプラ3と、カラム恒温槽4と、検出器5と、操作 部7と、恒温槽制御部10とを備えている。溶媒1は、 ポンプ2の内部のプランジャ2A,2Bによってオート サンプラ3に送液される。オートサンプラ3には、試料 注入口3Aが設けられ、自動的にサンプリングされた測 50 を示すフローチャートであり、図3は、本発明の一実施

定試料は試料注入口3Aから送液された溶媒の中に注入 される。注入された試料は溶媒によって送液されて、カ ラム恒温槽4内のカラム4Aによって分離される。分離 された試料は、検出器5にセル5Aに導入され、分析さ れる。分析の終了した試料は、ドレイン6に排出され る、液体クロマトグラフは、操作部7で制御されてお り、検出器4Aのクロマト情報を操作部7でモニタでき る。

【0017】カラム恒温槽4の中には、ガスセンサ4B と、ヒータ4Cが備えられている。恒温槽制御部10 は、演算装置 (CPU) 10Aと、A/D変換器10B と、記憶装置 (M) 10Cと、温度制御装置 (TC) 1 ODと、警報ブザー10Eが備えられている。

【0018】カラム恒温槽4の内部で、溶媒の液漏れが 発生すると、この溶媒が気化して、メタノールやアセト ニトリルなどのガス成分が発生する。発生するガス成分 の種類は、分析に使用する溶媒の種類によって異なる。 液漏れが発生すると、ガスセンサ4Bがガスを検出し、 液漏れ発生の信号をA/D変換器10Bに出力する。A された時の上記ガスセンサの出力により、上記第1の検 20 /Dデバイス10Bは、デジタル化された液漏れ信号を 演算装置10Aに出力する。演算装置10Aは、記憶装 置10Cに登録・記憶された検出レベルまたは操作部7 から設定された検出レベルと液洩れ信号のレベルを比較 計算する。

【0019】操作部7からは、あらかじめ液洩れ信号の レベルが検出レベルを超えた場合、警報を鳴らすか、装 置を停止するかを選択して、設定できるようになってい る、設定された検出レベルを越えると、演算装置10A は、オートサンプラ3、操作部7などに信号を出力す

【0020】警報が設定されている場合は、演算装置1 OAは、ブザー10Eを鳴らし、操作部7にはモニタ上 に液漏れエラーを表示するが、データ収集は続け、デー タ収集終了時間を待つ。データ収集が終了すると、演算 装置10Aは、温度制御装置10CAを停止させる。ま た、オートサンプラ3は、次回のインジェクションを行 わず、あらかじめ設定したデータ収集時間が終了する と、ボンプ2は送液を停止し、カラム恒温槽4も温度制 御を停止する。

【0021】装置停止が設定されている場合は、データ 収集時間に関係なく、ポンプ2の送液,オートサンプラ 3の試料インジェクション及びカラム恒温槽4の温度制 御を停止し、操作部7はデータ収集を中止し、液漏れ工 ラーを表示する。

【0022】次に、図2~図4を用いて、本実輸形態に よる液体クロマトグラフ用カラム恒温機による警報/装 置停止の操作内容についての構成について説明する。図 2は、本発明の一実施形態による液体クロマトグラフ用 カラム恒温槽による警報/装置停止の操作手順及び処理

5 形態による液体クロマトグラフ用カラム恒温槽による警 報/装置停止の操作時の操作部の表示画面の説明図であ る。図4は、本発明の一実施形態による液体クロマトグ ラフ用カラム恒温槽による自動感度調整の説明図であ

【0023】本実施形態の液体クロマトグラフ用カラム 恒温槽においては、ユーザは、液漏れが発生したときに 警報または装置停止を選択することが可能である。

【0024】ユーザは、図3に示した操作部7に表示さ れる操作画面を見ながら、検知アラームを選択する。 【0025】図2のステップs10において、恒温槽制 御部10の演算部10Aは、どの検知アラームが選択さ れたかを判断する。検知アラームとしては、「装置停 止」若しくは「アラームのみ」の2種類が用意されてい る。デフォルトでは、「装置停止」が選択されている。 しかしながら、ユーザが常時液体クロマトグラフ装置の そばに常駐している場合などは、液漏れが発生した時、 直ちに装置を停止するのでなく、ユーザの判断により、 必要に応じて、装置停止できるようにすれば、常に装置 停止が行われた場合に比べて、普及に要する時間を短縮 20 できる。このような場合には、「アラームのみ」を選択 することにより、もし液漏れが発生しても、爆発の危険 性がすぐにはないような場合には、とりあえず、分析中 の試料の分析を終了させた後、装置を停止することによ り、カラム中に残存する試料がなくなるため、装置停止 後の復旧を短時間で行うことができる。アラームがなる 場合は、いずれにしても多少ながらも液漏れが発生して いるため、分析精度の低下等が懸念されるので、これら に対しても適宜対応でき、分析の妥当性を保つことがで 合等は、「装置停止」を選択することで、液漏れによる 爆発等の危険を事前に回避することができる。

【0026】ステップs10の判定で、「装置停止」を 選択しOKした場合、ステップs15において、演算部 10Aは、「装置停止」を恒温槽制御部10の記憶装置 100に設定記憶する。ガスセンサ10が液漏れを検知 すると、恒温槽制御部10の演算装置10Aは、記憶装 置10Cに記憶されている「装置停止」情報に基づい て、装置停止信号を出力する。装置停止信号により、ボ

ンプ2、オートサンプラ3、恒温槽4等は動作を停止す 40 るように動作する。

【0027】ステップs10の判定で、「アラームの み」を選択しOKした場合、ステップs20において、 演算部10Aは、「アラームのみ」を記憶装置10Cに 設定記憶する。ガスセンサ10が液漏れを検知すると、 恒温補制御部10の演算装置10Aは、記憶装置10C に記憶されている「アラームのみ」情報に基づいて、ブ ザー10Eを鳴らし、操作部7にはモニタ上に液漏れエ ラーを表示するが、データ収集は続け、データ収集終了 は、温度制御装置100Aを停止させる。また、オート サンプラ3は、次回のインジェクションを行わず、あら かとめ設定したデータ収集時間が終了すると、ボンプ? は送液を停止し、カラム恒温槽4も温度制御を停止する ように動作する。

【0028】次に、ステップs25以降において、ユー ザは、ガスセンサの感度調整を行うか否かを判断して設 定する。ユーザは、ガスセンサ10の感度調整として は、「デフォルト」と「感度調整」を選択できる。感度 10 調整をする場合には、溶媒の種類を選択できる。

【0029】ステップs25において、演算装置10A は、感度調整が選択されたか否かを判断する。ユーザ が、「デフォルト」を選択した場合は、ステップs30 において、演算装置10Aは、あらかじめ記憶装置10 Cに記憶されたデフォルト値を用いることとなり、感度 調整は行われないものである。

【0030】ユーザが「感度調整」を選択した場合、ス テップs35において、演算装置10Aは、ユーザが選 択した溶媒の種類を判定する。選択された溶媒が不揮発 性溶媒の場合は、演算装置10Aは、ステップs30に おいて、デフォルト値を設定して終了する。

【0031】選択された溶媒が揮発性溶媒の場合は、図 3の操作部の表示に示すように、「選択した溶媒を50 μL注入し、調整ボタンを押してください」との表示が 有効になる。

【0032】この指示に従って、ステップs40におい て、ユーザは、選択した溶媒を指定量だけ、カラム恒温 槽4に注入する。カラム恒温槽4には、図1に示すよう に、溶媒注入口4Dが設けられている。なお、特に、注 きる。一方、液体クロマトグラフ装置を無人運転する場 30 入口4Dを設けることなく、カラム恒温槽4のパネルの 隙間等から恒温槽内部に溶媒を注入するようにしてもよ いものである。

> 【0033】溶媒が恒温槽4の内部に注入され、「調 整 ボタンが押されると、演算装置10Aは、ガスセン サ4Bの出力信号を用いて、溶媒の種類と注入量からガ スセンサ10の検出感度を計算し、検出感度設定結果を 表示する。

【0034】ここで、図4を用いて、本実施形態による 自動感度調整の内容について説明する。図4の横軸は、 溶媒の注入量を示し、縦軸はガスセンサ4Bの出力電圧 を示している。

【0035】実線Aは、初期の段階における溶媒アセト ニトリルの注入量に対するガスセンサの出力電圧を示す 感度特性である。実線Mは、初期の段階における溶媒メ タノールの注入量に対するガスセンサの出力電圧を示す 感度特性である。例えばアセトニトリルの注入量が50 μLの場合、ガスセンサの出力電圧はVA50とする。ま た、メタノールの注入量が50 µ L の場合、ガスセンサ の出力電圧はVM50とする。このように、溶媒の種類に 時間を待つ。データ収集が終了すると、演算装置10A 50 よって、ガスセンサの感度が異なっている。ここで、複

数の溶媒の中で、同量の注入量に対して一番低い出力電 圧、すなわち、ガスセンサの出力電圧VA50を、検出レ ベルのデフォルト値Vdfとしており、このデフォルトレ ベルVdfを越えると、警報したり、装置停止したりす

【0036】例えば、ガスセンサが経年変化というによ り感度特性が変化して、アセトニトリルに対する感度特 性が、初期の実線Aから、一点鎖線A'に変化した場 合、演算装置10Aは、50µLの注入量に対するガス センサの出力電圧VA'50を、検出感度調整結果として図 10 3に示すように表示するとともに、この電圧を記憶装置 10Cに設定する。また、メタノール50µLの注入量 に対するガスセンサの出力電圧がVM50であるとすれ ば、この値を検出感度調整結果とする。すなわち、本実

施形態では、複数の溶媒毎に異なる検出レベルを設定可 能となっている。なお、50 µ Lの注入量は、爆発限界 Exの注入量よりも小さな値としている。

【0037】次に、ユーザは、ガスセンサ4Bの信号レ ベルの時間変化を記録する/しないの選択が可能であ

【0038】図2のステップs50において、演算装置 10Aは、信号レベルの記録がONかOFFかを判定す る。信号レベルの記録を取らない場合には、ステップs 55において、演算装置10Aは、液漏れ発生時のみエ ラー信号を出力する。

【0039】一方、信号レベルの記録を取る場合には、 演算装置10Aは、保存先の設定が可能になり、常にガ スセンサの出力信号をモニタし、記録する。さらに、ス テップs65において、演算装置10Aは、信号レベル をモニターすることにより、ガスセンサ4Bの異常を検 30 の検出レベルの2つの検出レベルを備えている。 知すると、自動的に感度を補正し、また、装置設置環境 の変化によりバックグランド (図3の出力電圧Vof)が 変化すると、この分を自動的に感度補正する。操作部7 のモニタ上には、図3に示すように、ガスセンサ4Bの 検出感度の計算結果からしきい値(VA'50など)が設定 され、このしきい値を超えた場合に液漏れを検知として カラム恒温槽4は警報または装置停止の信号を出力す

【0040】なお、検出レベルによってアラームを鳴ら したり、装置を停止する他に、信号を記録モニタするこ 40 とにより、信号の変化を監視し、信号が急激に増加する 変化を示した場合(信号の傾斜が大きい場合)に、アラ ームを鳴らしたり、装置を停止するようにできる。 【0041】また、検出された信号が検出レベルを超え た時間を監視し、例えば、図3に示した±1が所定時間 より短い場合には、アラームを停止する。これは、例え ば、液体クロマトグラフ装置を設置された環境で、溶媒 等をこぼした場合、一時的にガス濃度がたかまることが あり、このような装置本体の液洩れ以外の原因で、子演

にアラームを解除することにより、不用意な装置停止を 防止できる。

【0042】以上説明したように、本実施形態では、ア ラームのみを選択できるため、不用意に装置を停止する ことなく、エラー復帰も短時間で行え、液漏れ解除後の 再測定が容易にできる。また アラーム時には 分析中 の試料の測定を誹読し、その分析が終了後、装置を停止 することにより、エラー復帰も短時間で行える。

【0043】また、感度調整を行い、使用する溶媒の種 類毎に検出レベルを設定できるため、感度の高い溶媒等 を使用したときでも、不用意にアラームをならしたり、 装置を停止したりすることを防止でき、また、正確に液 漏れを判断できる。

【0044】さらに、ガスセンサの出力信号の時間変化 を記録できることにより、バックグランドの変化やセン サの経年変化等をモニターすることができ、また、自動 で検出感度を調整できるとともにガスセンサの異常を検 知できる.

【0045】次に、図5を用いて、本発明の他の実施形 態による液体クロマトグラフ用カラム恒温槽について説 明する。本実施形態による液体クロマトグラフ用カラム 恒温槽を備えた液体クロマトグラフの全体構成は、図1 に示したものと同様である。図5は、本発明の他の実施 形態による液体クロマトグラフ用カラム恒温槽による警 報/装置停止の操作手順及び処理を示すフローチャート である。なお、図2と同一ステップ番号は、同一処理内 容を示している。

【0046】本実施形態においては、アラームのならす ための第1の検出レベルと、装置を停止するための第2

【0047】ステップs25において、演算装置10A が、感度調整が行われると判断し、ステップ s 35にお いて、溶媒の種類として、揮発性溶媒が選択され、ユー ザが、操作部の表示内容に従って、一定量の溶媒をカラ ム恒温槽4に注入する。

【0048】次に、ステップs45Aにおいて、演算装 置10Aは、感度を計算して、2レベルを設定する。例 えば、図4に示す例において、メタノールが50µL注 入された場合のガスセンサの出力電圧をVM50とする。 メタノールの50 μLの注入量に対する出力電圧はVM5 0を第1の検出レベルとして設定する。ガスセンサによ って検出された電圧が第1の検出レベルを超えた場合 に、海算装置10Aは、アラームを鳴らす。一方、メタ ノールの100μLの注入量に対する出力電圧はVM100 を第2の検出レベルとして設定する場合には、溶媒の注 入量に対する出力電圧が直線的に変化するならば、VM5 0の2倍の値を第2の検出レベルとして設定している。 ガスセンサによって検出された電圧が第2の検出レベル を超えた場合に、演算装置10Aは、装置を停止する。 算装置10Aが一種の誤警報を出した場合には、自動的 50 【0049】これによって、微小な液洩れに対しては不 9 要な装置停止を防止でき、また、それ以上の確測れに対 しては直ちに装置を停止して、爆発等の危険な事態を直 ちに回避することができる。

【0050】なお、溶線の注入量は1油りだけとしているが、50 μLの注入量と100 μLの注入量の2種類 の注入量の排示を操作部に表示して、第1、第2の検出 レベルを設定するようにしてもよいものである。これ は、溶線の注入量に対するガスセンサの出力電圧が曲線 的に変化する場合に有効である。

【0051】また、第1の検出レベルに対して第2の検 10 出レベルを2倍の値をしているが、この値を感覚ファク タとして、ユーザが任意に選択できるようにすることも できる。思度ファクタを「3」とすると、メタノールの 50 年 L の注入量に対する出力電圧はVF60を第1の検 出レベルとして設定した場合、VF60の3倍の値を第2 の検出レベルとして設定することができる。

【0052】以上説明したように、本実施形態では、ア ラームをならすだけと、装置停止の2つの検出レベルを 設定できる。

【0053】また、アラームのみを選択できるため、不 20 用意に装置を停止することなく、エラー復帰も短時間で 行え、流線に卵栓後の再頭生が容易にできる。また、ア ラーム時には、分析中の銀料の測定を継続し、その分析 が終了後、装置を停止することにより、エラー復帰も短 時間で行える。

【0054】さらに、感度調整を行い、使用する溶媒の 種類毎に検出レベルを設定できるため、感度の高い溶媒 等を使用したときでも、不用意にアラームをならした り、装置を停止したりすることを防止でき、また、正確 に液漏れを判断できる。

【0055】さらに、また、ガスセンサの出力信号の時間変化を記録できることにより、バックグランドの変化やセンサの総年変化等をモニターすることができ、また、自動で検出感度を創整できるとともにガスセンサの

異常を検知できる。 【0056】

【発明の効果】本発明によれば、エラーからの復帰を短 時間に行うことができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施形態による液体クロマトグラフ 用カラム恒温槽を備えた液体クロマトグラフの全体構成 を示すブロック図である。

【図2】本発明の一実施形態による液体クロマトグラフ 用カラム恒温槽による警報/装置停止の操作手順及び処 理を示すフローチャートである。

【図3】本発明の一実施形態による液体クロマトグラフ 用カラム恒温槽による警報/装置停止の操作時の操作部 の表示画面の説明図である。

【図4】本発明の一束施邦態による液体クロマトグラフ 用カラム権温格による自動態変調整の説明図である。 【図5】本発明の他の実施形態による液体クロマトグラ フ用カラム電温構による管報、装置停止の操作手順及び 処理を示すフローチャートである。

【符号の説明】

2…ポンプ 3…オートサンプラ

4…カラム恒温槽

4 B…ガスセンサ

4C…ヒータ

5…検出器

7…操作部

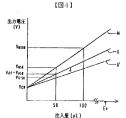
10…恒温槽制御部 10A…溜箕装置(CPU)

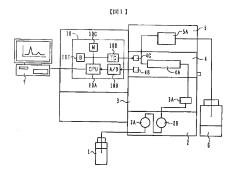
30 10B…A/D変換器

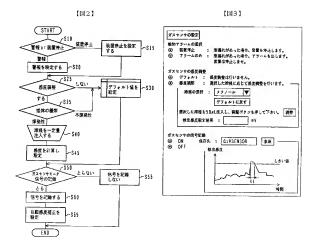
10C…記憶装置(M)

10D…温度制御装置 (TC)

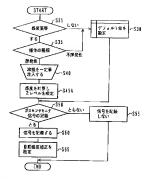
10日…警報ブザー







【図5】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7 G O 1 N 30/86 識別記号

FI G01N 30/86 テーマコード(参考)

(72)発明者 久保 晋太郎 茨城県ひたちなか市市毛882番地 株式会 社日立ハイテクノロジーズ設計・製造統括 本部部町事業所内 F ターム(参考) 26067 AA02 AA44 AA48 BB12 BB22 CC01 CC04 DD17 EE11 EE12 PAT- NO: JP02002267644A

DOCUMENT- I DENTI FI ER: JP 2002267644 A

TITLE: COLUMN CONSTANT TEMPERATURE BATH FOR LIQUID

CHROWATOGRAPH

PUBN- DATE: Sept ember 18, 2002

I NVENTOR- I NFORMATI ON:

NAME COUNTRY
KI YOM YA, HI ROM CHI NYA

KATO CSAMU NY A KUBO SHI NTARO NY A

ASSI GNEE- I NFORMATI ON:

NAME COUNTRY

HITACHI HIGH-TECHNOLOGIES CORP N'A

APPL- NO: JP2001367014

APPL- DATE: November 30, 2001

PRI CRI TY- DATA: 200010059769 (November 30, 2000)
INT-CL (I PC): 901N030/54, 901M003/00 . 901N030/86

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a column constant temperature bath for liquid chromatograph capable of recovering from an error quickly.

SCLUTION: The columm constant temperature bath has a temperature control apparatus for maintaining a columm 4A at a constant temperature, a gas sensor 4B for detecting the gas in the constant temperature bath 4, and an arithmetic unit 10A for outputting an alarm signal for generating an alarm when a signal that is detected by the gas sensor 4B exceeds a preset detection level, and outputting a stop signal for stopping the apparatus. An operation section 7 is made able to select either an alarm signal or a stop signal outputted by the arithmetic unit 10A.

COPYRIGHT: (C) 2002, JPO